



BEST AVAILABLE COPY

- 1 -

POLYOLEFIN AQUEOUS DISPERSION

CHEMIPEARL®

CHEMIPEARL™

Mitsui Chemicals, Inc.

What is "CHEMIPEARL®"?

The term "CHEMIPEARL™" refers to products that various polyolefins having poor water-dispersibility are converted into aqueous dispersions in the form of fine particles using proprietary technologies of our company. The "CHEMIPEARL®" has been widely used for inks/additives, heat sealers, various binders and antiblocking agents since a surfactant and an organic solvent are not contained in the product and hence excellent mechanical properties, water resistance and chemical resistance of the raw material polyolefin are retained compared to general emulsions.

Characteristics of CHEMIPEARL®

1. Aqueous dispersion

This is a polyolefin aqueous dispersion. This product is a product providing an excellent working environment since the surfactant and organic solvent are not used therein.

2. Truly spherical particles having narrow particle size distribution

This exhibits excellent abrasion resistance, lubricating property and antiblocking property because of a truly spherical dispersion having narrow particle size distribution. (A, M, V and W types)

3. Good coating property

This can be coated onto paper, aluminum, iron, film or the like. As for a coating method, gravure coat, roll coat, spray coat and the like can be used.

4. Retention of characteristics of polyolefin

This retains excellent characteristics such as mechanical properties, water resistance and chemical resistance of polyolefin, and when this is coated/baked, it forms a directionless and odorless film to give excellent heat seal properties. (A, M, V and S types)

5. Food sanitation

This can be used for packaging of food materials.
(Please refer to our company about specific use rules, etc. prior to using thereof.)

Representative uses/functions/performances and effects/ recommended types of CHEMIPEARL®

Use	Function	Performance and effects	A type	M type	S type	V type	W type
1. Aqueous ink additive	Abrasion resistance	Improvement in abrasion resistance of various aqueous inks	O	O			⊙
2. Aqueous paint modifier	Surface modification	Delustering effects, and improvement in abrasion resistance and processing property of coating film	O	O			⊙
3. Aqueous paint binder	Rust preventive property, bending workability and metal adhesion	Exhibiting excellent rust preventive strength and machinability (self-lubricating property)			⊙		
4. Heat seal adhesive for packaging (paper, metals such as Al and the like, film, etc.)	Heat seal properties and odorless property	excellent heat seal properties and odorless property			⊙		
		-Uses for packaging chocolate, candy, etc.					
5. Heat seal adhesive for paper	Heat seal properties and odorless property	Having excellent heat seal properties and odorless property, and capable of controlling seal strength	O	O	⊙	⊙	
6. Medical heat seal adhesive	Heat seal properties and air permeability	Having moisture permeability and air permeability			⊙		
		-Packaging materials of sterilized paper, camphor, etc.					
7. Film/paper modifier	Lubricating property and surface modification	Improvement in blocking resistance and abrasion resistance					⊙
		-K coat, etc. for packaging cigarette					

8. Antiblocking agent	Antiblocking property	Giving antiblocking property and heat resistance		○		◎	◎
		-Additives to hot melt adhesive					
9. Emulsion modifier	Heat resistance and antiblocking property	Giving antiblocking property, heat resistance and flowability	○	○	○	○	○
10. Thermal transfer ink binder	Adhesion and narrow particle size distribution	Having excellent adhesion and smoothing property			◎	◎	
11. Nonwoven fabric binder	Adhesion and heat seal properties	Giving excellent adhesion and heat seal properties to nonwoven fabric			◎		
12. Fiber processing aid	Lubricating property and flexibility	Giving flexibility and lubricating property in fiber processing					◎
13. Converging agent for glass fiber	Convergence property, machinability and resin compatibility	Giving excellent convergence property and compatibility with resin	○	○	◎		
14. Finishing agent for glass	Lubricating property and machinability	Giving excellent lubricating property and improvement in production rate					◎
15. PVC, PVDC sol alternative uses	Flexibility and mechanical property	Formation of film having excellent flexibility and mechanical property			◎	◎	◎

Brand of CHEMIPEARL® and properties thereof (W type and WP type)

Item	Unit	Test method	Brand																WP type
			W type																
			Low-molecular-weight polyethylene																
Properties of dispersion	Appearance	-		W100	W200	W300	W308	W310	W400	W401	W4005	W410	W500	WF640	W700	W800	W900	W950	Low-molecular-weight polypropylene
	Solid content concentration	%	JIS K 6839	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	WP100
	pH	-	pH meter	9	9	9	8	8	9	9	11	8	9	11	10	9	11	11	Milk white
	Viscosity	mPa·s	B type viscometer (60 rotations)	1000	1000	1000	1000	900	1000	500	400	900	1000	400	800	1000	300	300	400
	Particle size	μm	Coulter counter method	3	6	3	6	9.5	4	1	0.6**	9.5	2.5	1	1	8	0.6**	0.6**	1
Properties of resin	Density	kg/m ³	JIS K 6760	970	920	970	970	970	920	920	920	920	920	920	970	950	970	920	900
	Needle penetration method, hardness	-	JIS K 2207	1	10	<1	<1	<1	3	3	3	3	10	10	<1	1	<1	10	<1
	Ball and ring method, softening point	°C	JIS K 2207	128	113	132	132	132	110	110	110	110	113	113	132	130	132	113	148

*) Only WF640 contains some amount of an emulsifying agent.

Note) The numerical values in Table are representative values and are not standard values.

** : Measurement for particle sizes of W4005, W900 and W950 is performed using a microtrack method.

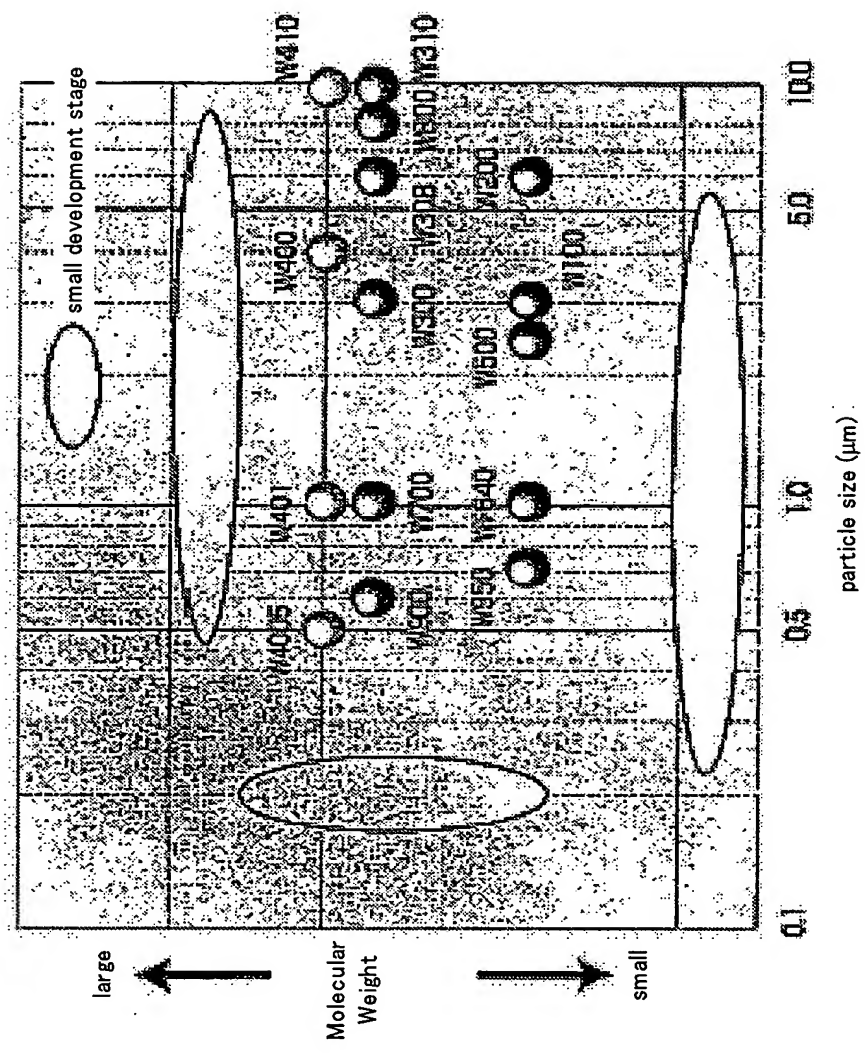
Main uses

- Improver for abrasion resistance of an aqueous ink and an aqueous paint
- Various emulsion modifiers
- Paper release agent and film release agent
- Finishing agent for glass fiber
- Improver for lubricating property of paper
- Slipping agent for aluminum foil and film
- Antiblocking agent

Mode of packing

A 17 kg petroleum can and a 190 kg drum can (A brand handling at 1 ton-container is also available from us, so please consult with us thereabout.)

Lineup of CHEMIPEARL® W



Brand of CHEMIPEARL® and properties thereof (A type, M type, S type and V type)

Item			Brand																																										
			A type			M type			S type								V type																												
									Ionomer																																				
									Modified ionomer																																				
Test method			Thermo-plastic elastomer			Low-density polyethylene			S100								SA100			Ethylene/vinyl acetate copolymer resin																									
Unit			Al00			M200			S111								S120			S200			S300			S650			S659			S75N			V100			V200			V300				
Appearance			Milk white			Milk white			Semitransparent to milk white								Milk white			Semitransparent to milk white								Milk white			Milk white														
Properties of dispersion	Solid content concentration			40			40			27			27			27			27			35			27			25			24			35			40			40			40		
	pH			9			9			10			10			10			10			10			10			10			9			10			8			8			8		
	Viscosity			5000			5000			500			400			50			600			400			100			100			100			50			7000			7000			7000		
	Particle size			4			6			<0.1			<0.1			<0.1			0.5			0.5			<0.1			<0.1			<0.1			<1			12			7			6		
	Minimum film forming temperature			85			100			65			65			65			55			65			55			45			20			50			75			85			75		
properties of resin	Density			890			920			950			950			950			950			950			950			950			950			1000			950			940			940		
	Tensile strength			20			8			35			35			35			32			31			28			15			33			4.5			6.5			3					
	Elongation at break point			700			320			350			350			350			400			370			450			240			350			950			600			300					
Vicat softening point			60			75			60			60			60			55			65			55			55			40			55			<40			40			<40			
Main uses			● Improver for abrasion resistance of an aqueous ink ● Emulsion modifier			● Improver for abrasion resistance of an aqueous ink ● Slipping agent ● Antiblocking agent			● Heat sealer for aluminum foil, film and paper ● Metal coating agent ● Thermal transfer ink binder ● Emulsion modifier ● Aqueous paint binder ● Thermal transfer ink binder ● Converging agent for glass fiber ● Nonwoven fabric binder S111 is a type providing slip properties. S120 is a low viscosity type. S300 is mainly used for aluminum foil. SA100 is mainly used for a film															● Emulsion modifier ● Heat sealer for paper ● Thermal transfer ink binder ● Antiblocking agent																					

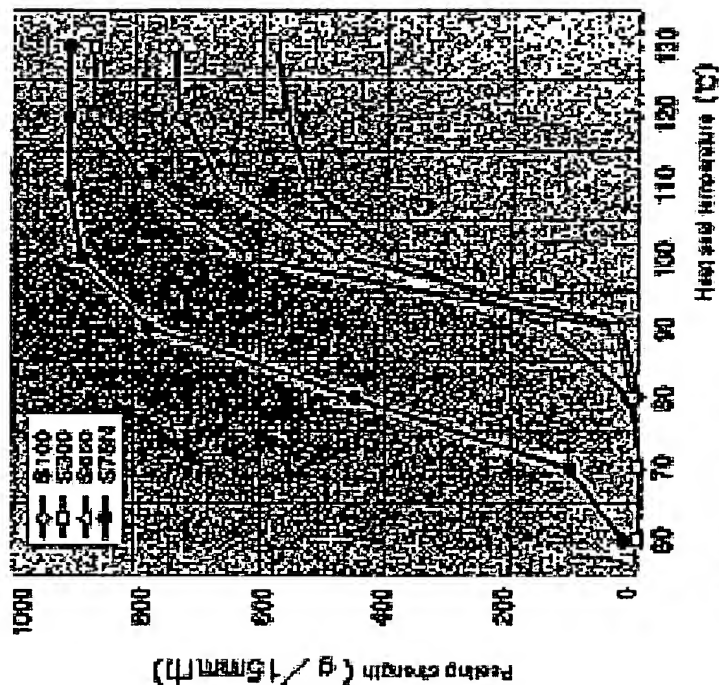
Mode of packing

A 17 kg petroleum can and a 190 kg drum can (A brand handling at 1 ton-container is also available from us, so please consult with us thereabout.)

Note) The numerical values in Table are representative values and are not standard values.

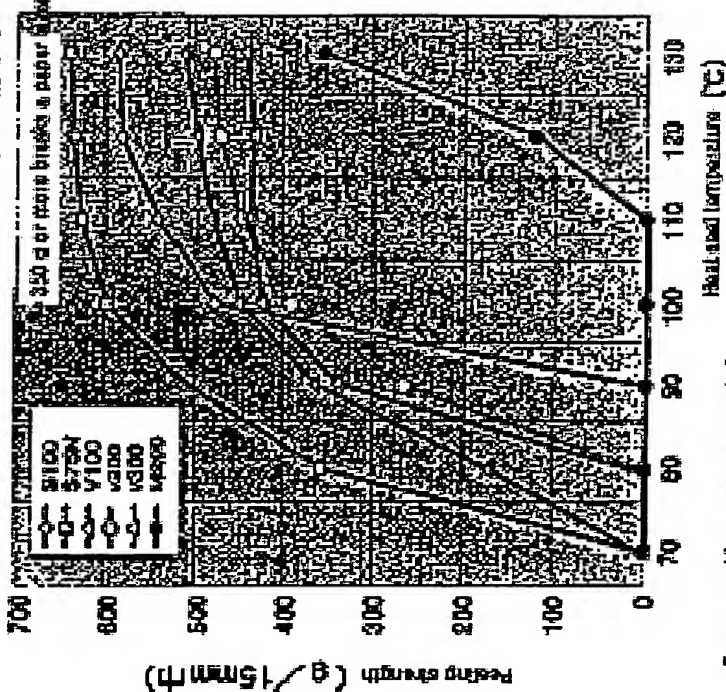
- CHEMIPEARL[®] is used for the above-mentioned uses.

Heat seal properties of CHIMPEARL S (A) 40



Aluminum foil : 40 μ m
 Coating amount : 5 g/mDry
 Dry rate : 110°C X 1min
 Heat seal : 2k g/cm X 1sec
 Peeling rate : 50mm/min T type peeling

Heat seal properties of CHIMPEARL B, V and M (paper/peel)



Paper: wood base paper : 81 g/m²
 Coating amount : 5 g/mDry
 Dry rate : 110°C X 1min
 Heat seal : 2k g/cm X 1sec
 Peeling rate : 50mm/min T type peeling

CHEMIPEARL®

The described contents are prepared based on materials, information, data and the like that are currently available. However, the data and evaluations described are not certified by any organization. Further, since instructions are given to the conventional handling of the subject, please newly take and handle safe measures suitable for the uses and usages in the case of requiring special handling.

Instructions for use of CHEMIPEARL®

1. Please take safe handling with reference to our Product Safety Data Sheets prior to using this product.

2. CHEMIPEARL® is an alkaline aqueous dispersion having pH 8 to 12 (different according to brands) and is irritant to the eyes, respiratory tract and skin. Please wear suitable protective equipments (protective glasses, protective gloves and the like) during handling.

3. CHEMIPEARL® is a safe aqueous dispersion. However, please keep this product out of the direct rays to the sun and do not store and handle at 0°C or less and 40°C or more.

4. When layer separation is occurred due to long-term storage and like, please use the product after confirming that the liquid is sufficiently stirred to achieve a uniform composition.

Mitsui Chemicals, Inc.

Head Office: Industrial Resin Business Division, Additive
Material Group

Shiodome City Center, 5-2, Higashi-Shimbashi 1-chome,
Minato-ku, Tokyo 105-7117 Japan

TEL: 03-6253-3559, FAX: 03-6253-4223

TEL: 03-6253-3563

Osaka Branch: Functional Polymeric Materials Division,
Industrial Resin Group

Shinanobashi Mitsui Bldg. 8F, 11-7, Utsubohonmachi 1-chome,
Nishi-ku, Osaka 550-0004 Japan

TEL: 06-6446-3617, FAX: 06-6446-3645

Functional Polymeric Materials Laboratory

Additive Material Group

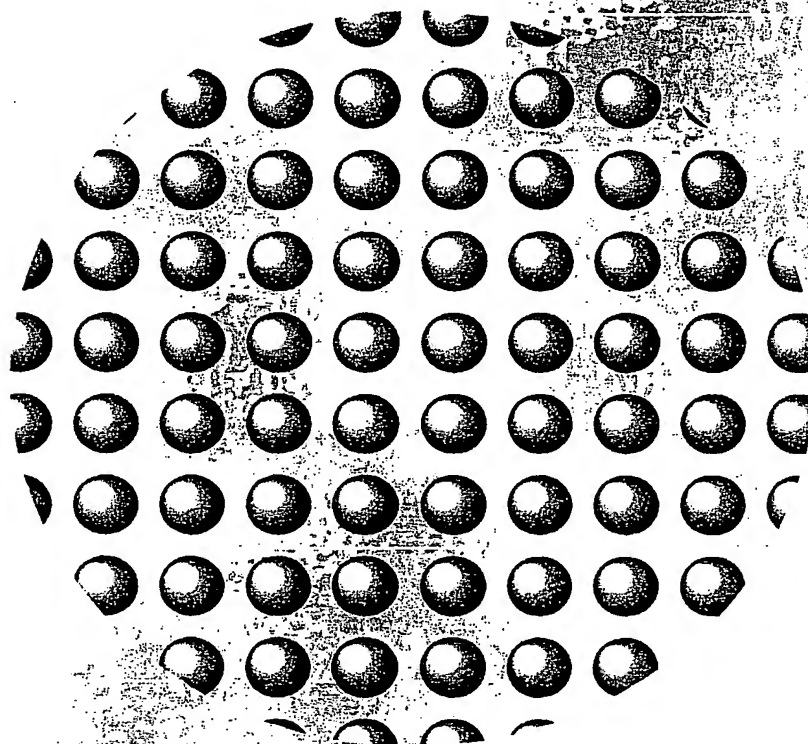
Sodegaura 580-32, Nagaura, Sodegaura, Chiba 299-0265 Japan

TEL: 0438-64-2337, FAX: 0438-64-2359

ポリオレフィン水性ディスペーション

ケミパール 

CHEMIPEARL™



三井化学

ケミパール®とは

ケミパール®(CHEMIPEARL™)は水分散が困難と云われていた各種ポリオレフィン当社独自の技術で微粒状水性ディスパージョンにした製品です。ケミパール®は一般的なエマルジョンと比較し製品中に界面活性剤、及び有機溶剤を含有していない事から原料ポリオレフィンの優れた機械物性、耐水性、耐薬品性等を保持しており、インキ・添加剤、ヒートシール剤、各種バインダー、アンチブロッキング剤等の用途に幅広く使われております。

ケミパール®の特長

1.水性ディスパージョン

ポリオレフィンの水分散体です。界面活性剤、及び有機溶剤を使用していないので作業環境に優しい製品です。

2.粒度分布の狭い真球状粒子

粒度分布の狭い真球状のディスパージョンである事から、優れた耐摩耗性、滑り性、及びアンチブロッキング性を示します。(A、M、V、Wタイプ)

3.良好な塗工性

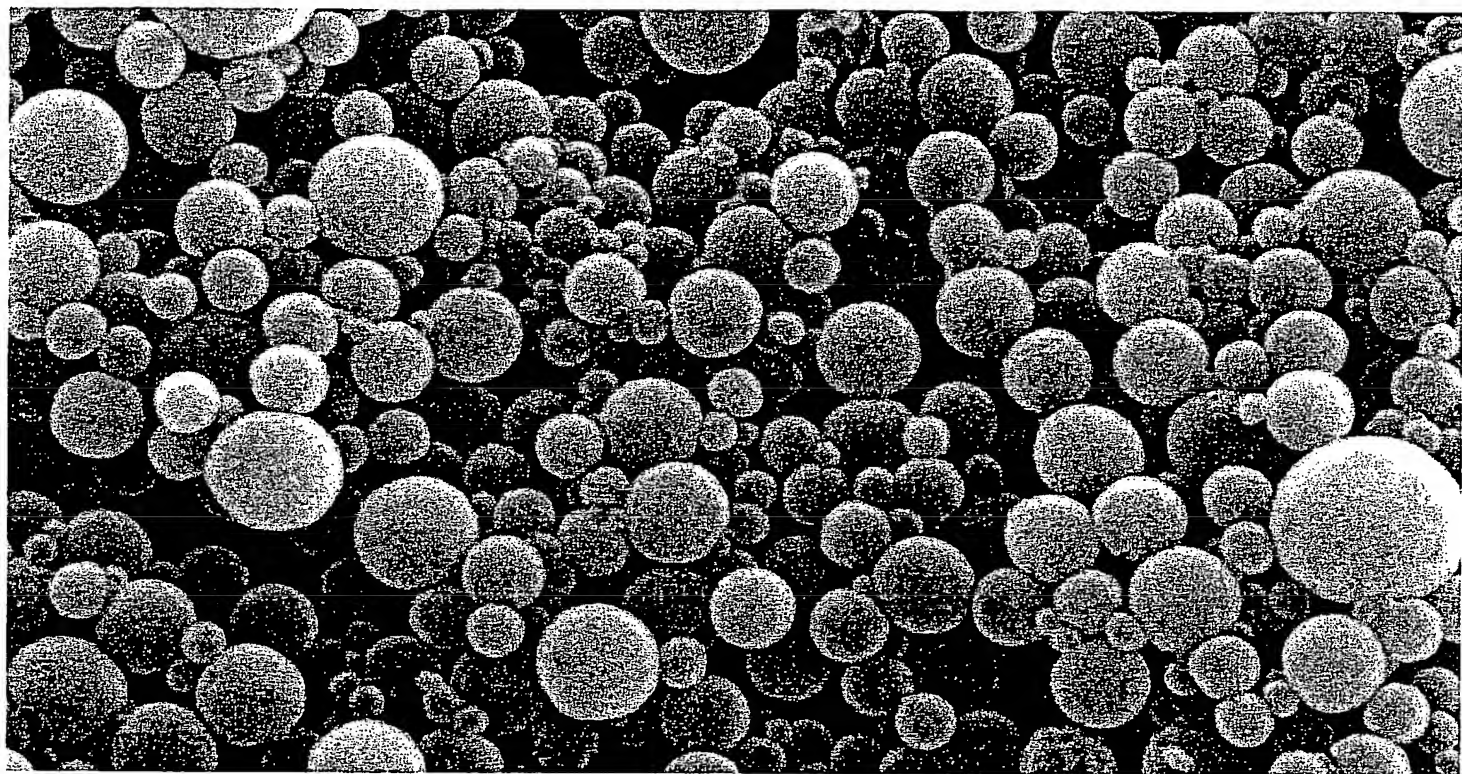
紙、アルミ、鉄、フィルム等に塗工できます。塗工方法としてはグラビアコート、ロールコート、スプレーコート等が可能です。

4.ポリオレフィンの特性保持

ポリオレフィンの優れた機械物性、耐水性、耐薬品性等の特性を保持し、塗工焼付すれば方向性の無い無臭膜となり、優れたヒートシール性を付与します。(A、M、V、Sタイプ)

5.食品衛生性

食品包材用途に使用できます。(具体的な用途規制等はご使用前に弊社迄ご照会下さい。)



ケミパール®の代表的な用途／機能／性能と効果／推奨タイプ

用 途	機 能	性 能 と 効 果	Aタイプ	Mタイプ	Sタイプ	Vタイプ	Wタイプ
1 水性インキ添加剤	耐摩耗性	各種水性インキの耐摩耗性の向上	○	○			○
2 水性塗料改質剤	表面改質	艶消し効果、及び塗膜の耐摩耗性、加工特性の向上	○	○			○
3 水性塗料バインダー	防錆性、曲げ加工性、金属密着性	優れた防錆力、及び機械加工性（自己潤滑性）の付与			○		
4 包装用ヒートシール接着剤 （紙、Al他金属、フィルム等）	ヒートシール性、無臭性	優れたヒートシール性、及び無臭性 →チョコレート、菓子等の包装用途			○		
5 紙用ヒートシール接着剤	ヒートシール性、無臭性	優れたヒートシール性、及び無臭性を有し、シール強度の調節が可能	○	○	○	○	
6 医療用ヒートシール接着剤	ヒートシール性、通気性	透湿性、及び通気性を有する →滅菌紙、樟脳等の包装材			○		
7 フィルム・紙改質剤	滑性、表面改質	耐ブロッキング性、耐摩耗性の向上 →タバコ包装用Kコート等					○
8 アンチブロッキング剤	アンチブロッキング性	アンチブロッキング性、耐熱性の付与 →ホットメルト接着剤等への添加剤		○		○	○
9 エマルション改質剤	耐熱性、アンチブロッキング性	アンチブロッキング性、耐熱性、流動性の付与	○	○	○	○	○
10 熱転写インキバインダー	密着性、狭粒度分布	優れた密着性、平滑性を有する			○	○	
11 不織布バインダー	密着性、ヒートシール性	不織布への優れた密着性、及びヒートシール性の付与			○		
12 繊維加工助剤	滑性、柔軟性	繊維加工時に柔軟性、滑性を付与					○
13 ガラス繊維収束剤	収束性、機械加工性、樹脂相溶性	優れた収束性、及び樹脂との相溶性の付与	○	○	○		
14 ガラス表面処理剤	滑性、機械加工性	優れた滑性付与、及び生産速度向上					○
15 PVC、PVDCソル代替用途	柔軟性、機械特性	優れた柔軟性、機械特性を有した皮膜の形成			○	○	

ケミパール®の銘柄、及びその物性 (Wタイプ、WPタイプ)

項 目		単 位	試 験 方 法				
				W100	W200	W300	W308
デイスパーション物性	外 観	—					
	固形分濃度	%	JIS K 6839	40	40	40	40
	pH	—	pHメーター	9	9	9	8
	粘度	mPa・s	B型粘度計 (60回転)	1000	1000	1000	1000
	粒径	μm	コールター カウンター法	3	6	3	6
樹脂物性	密度	k g/m³	JIS K 6760	970	920	970	970
	針入度法硬度	—	JIS K 2207	1	10	<1	<1
	環球法軟化点	℃	JIS K 2207	128	113	132	132

*) WF640のみ若干の乳化剤を含有しております。

注) 表中の数値は代表値であり、規格値ではありません

主な用途

- 水性インキ、水性塗料の耐摩耗性向上剤
- 各種エマルジョン改質剤
- 紙、フィルムの離型剤
- ガラス繊維表面処理剤
- 紙の滑り性向上剤
- アルミ箔、フィルム用スリッピング剤
- アンチブロッキング剤

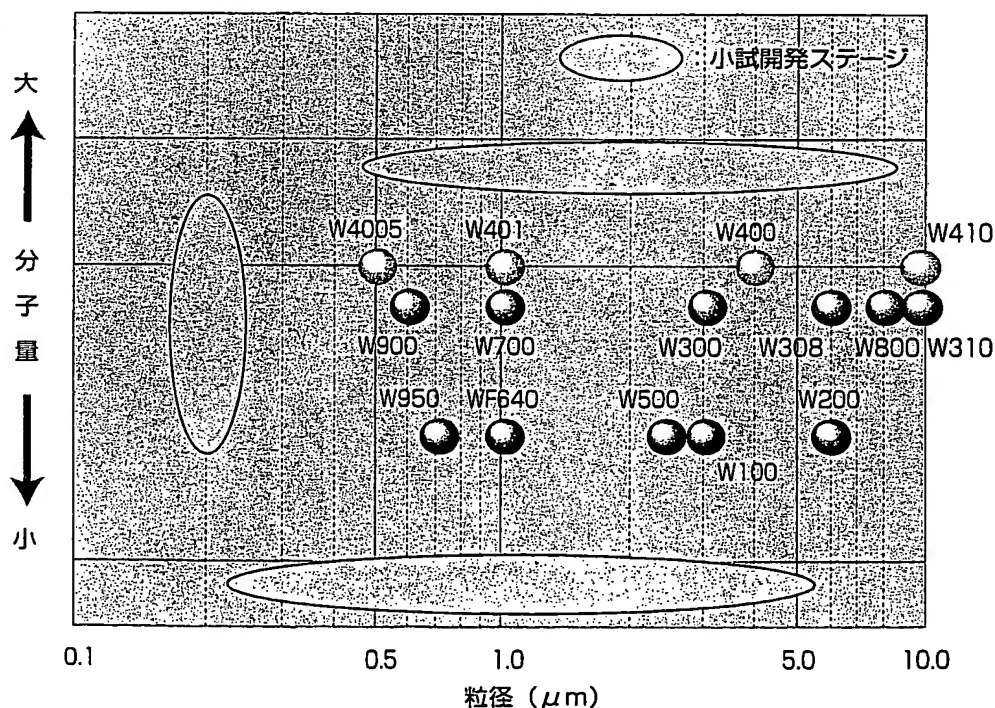
荷 姿

17kg入り目石油缶、及び190kg入り目ドラム缶 (1tコンテナで扱っている銘柄もございますのでご相談下さい。)

銘 柄											
W タイプ											WPタイプ
低分子量ポリエチレン											低分子量 ポリプロピレン
V310	W400	W401	W4005	W410	W500	WF640	W700	W800	W900	W950	WP100
乳 白 色											乳 白 色
40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
8	9	9	11	8	9	11	10	9	11	11	11
900	1000	500	400	900	1000	400	800	1000	300	300	400
9.5	4	1	0.6*	9.5	2.5	1	1	8	0.6*	0.6*	1
970	920	920	920	920	920	920	970	950	970	920	900
<1	3	3	3	3	10	10	<1	1	<1	10	<1
132	110	110	110	110	113	113	132	130	132	113	148

**：W4005、W900、W950、の粒径測定はマイクロラック法

**ケミパール®Wの
ラインアップ**



ケミパール®の銘柄、及びその物性 (Aタイプ、Mタイプ、Sタイプ、Vタイプ)

項 目			単 位	試 験 方 法	Aタイプ	Mタイプ		
					熱可塑性 エラストマー	低密度 ポリエチレン		
					A100	M200	S100	S111
ディストーション物性	外観	—	—	目視	乳白色	乳白色	半透明～乳白色	
	固形分濃度	%	—	JIS K 6839	40	40	27	27
	pH	—	—	pHメーター	9	9	10	10
	粘度	mPa・s	—	BM型粘度計 (6回転)	5000	5000	500	400
	粒径	μm	—	コールター カウンター法	4	6	<0.1	<0.1
	最低成膜温度	℃	—	三井化学法	85	100	65	65
樹脂物性	密度	k g/m ³	—	JIS K-6760	890	920	950	950
	引張強度	MPa	—	JIS K-6760	20	8	35	35
	破断点伸	%	—	JIS K-6760	700	320	350	350
	ピカット軟化点	℃	—	JIS K-6760	60	75	60	60
主 な 用 途					<ul style="list-style-type: none"> ● 水性インキ耐摩耗性向上剤 ● エマルション改質剤 	<ul style="list-style-type: none"> ● 水性インキ耐摩耗性向上剤 ● スリッピング剤 ● アンチブロッキング剤 	<ul style="list-style-type: none"> ● アルミ箔、フィルム ● 金属コーティング ● 熱転写インクバイ ● エマルション改質 	

荷姿 17kg入り目石油缶、及び190kg入り目ドラム缶 (1tコンテナで扱っている銘柄もございますのでご相談下さい。)

注) 表中の数値は代表値であり、規格値ではありません



●ケミパール®はこのような用途に使用されています。

銘柄									
Sタイプ						Vタイプ			
アイオノマー						変性 アイオノマー	エチレン酢酸ビニル 共重合樹脂		
S120	S200	S300	S650	S659	S75N	SA100	V100	V200	V300
乳白色			半透明～乳白色			乳白色	乳白色		
27	27	35	27	25	24	35	40	40	40
10	10	10	10	10	9	10	8	8	8
50	600	400	100	100	100	50	7000	7000	7000
<0.1	0.5	0.5	<0.1	<0.1	<0.1	<1	12	7	6
65	55	65	55	45	20	50	75	85	75
950	950	950	950	950	950	1000	950	940	940
35	32	31	28	28	15	33	4.5	6.5	3
350	400	370	450	450	240	350	950	600	300
60	55	65	55	55	40	55	<40	40	<40

紙用ヒートシール剤

水性塗料バインダー

熱転写インクバインダー

ガラス繊維収束剤

不織布バインダー

S111はスベリ性付与タイプ

S120は低粘度タイプ

S300は主にアルミ箔用

SA100は主にフィルム用

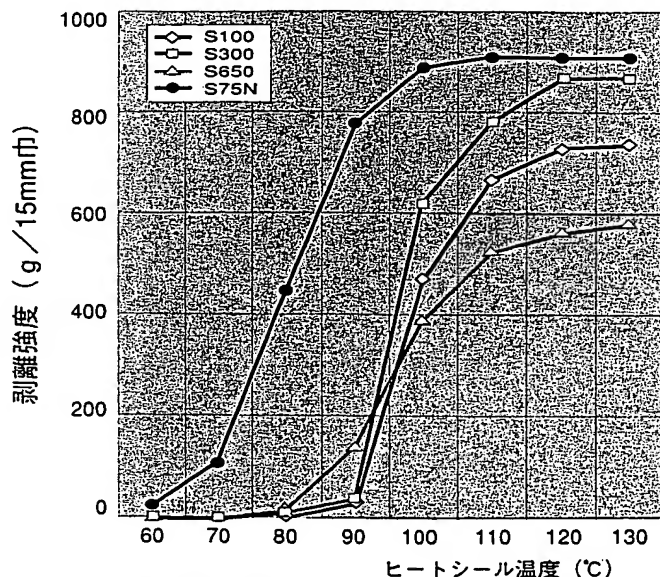
エマルション改質剤

紙用ヒートシール剤

熱転写インクバインダー

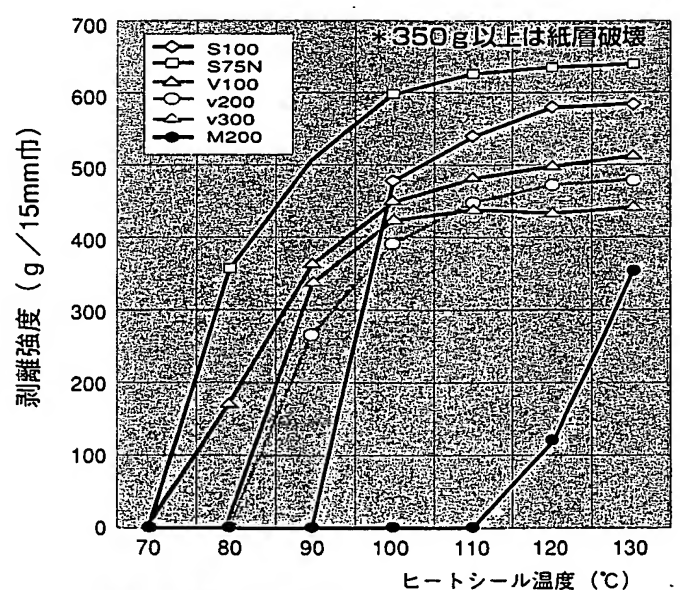
アンチブロッキング剤

ケミパール®Sのヒートシール特性 (Al/Al)



アルミ箔：40μm
塗布量：5g/m²Dry
乾燥：110℃×1min
ヒートシール：2k g/cm²×1sec
剥離速度：50mm/minT字剥離

ケミパール®S、V、Mのヒートシール特性 (紙/紙)



紙：上質紙：81g/m²
塗布量：5g/m²Dry
乾燥：110℃×1min
ヒートシール：2k g/cm²×1sec
剥離速度：50mm/minT字剥離

記載内容は現時点で入手できた資料、情報、データ等に基づいて作成しておりますが、記載のデータや評価に関しては、いかなる保証をするものではありません。また、注意事項は通常の取扱いを対象としたものですので、特別な取扱いをする場合には、新たに用途・用法に適した安全対策を実施の上、お取扱い願います。

本製品使用前に必ず製品安全データシートを参照の上、安全に、取扱います。
 本製品は、日本国内で販売されています。

[illegible]

⑤取付板に、通気孔(保護目鏡・保護手袋等)の取付と6mmの穴を開ける。

3. 本シナールは安定な水分保持力と、貯蔵中の腐敗防止及び温度0℃以下40℃以上の間で貯蔵及び利用が可能である。

4.長期間の保管により層分層が全くなり、谷間は十分に湿り液がコーティングした事を確認後と使用可と。

本社 工業樹脂事業部 添加材料グループ
〒105-7117 東京都港区東新橋1-5-2 汐留シティセンター
電話：03-6253-3559 FAX：03-6253-4223
電話：03-6253-3563

大阪支店 機能樹脂部 工業樹脂グループ
〒550-0004 大阪市西区靱本町1-11-7 信濃橋三井ビル
電話：06-6446-3617 FAX：06-6446-3645

機能樹脂研究所
添加材料グループ
〒299-0265 千葉県袖ヶ浦市長浦580-32
電話：0438-64-2337 FAX：0438-64-2359





- 1 -

Application for Patent (patent application according to the provisions under Art. 38 of the Patent Law)

Destination: Hideo SAITO, Commissioner of Japan Patent Office

1. Title of the Invention: Polyolefin dispersion and method for preparing the same

2. Number of the invention described in claims: 3

3. Inventor(s):

Shinji HAYATA (2 persons including this inventor)

387, Waki, Waki-cho, Kuga-gun, Yamaguchi, Japan

4. Applicant(s):

(588) Mitsui Petrochemical Industry Ltd.

2-5, Kasumigaseki 3-chome, Chiyoda-ku, Tokyo, Japan

Representative: Yasuhara TORII

5. Agent(s):

c/o Mitsui Petrochemical Industry Ltd.

2-5, Kasumigaseki 3-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100 Japan

(7049) Kanou YAMAGUCHI

(19) Japan Patent Office

Japanese Patent Application Laid-Open Publication

(11) Japanese Patent Application Laid-Open No. 52-29844

(43) Publication Date: March 7, 1977

(21) Japanese Patent Application No.: 50-105599

(22) Filing Date: September 2, 1975

Request for Examination: None (Total 6 pages)

JPO file number

7333 48

7202 48

7338 48

(52) JP Cl.

25(1)C111.82

25(1)A121.1

24(3)B821

(51) Int. Cl.²:

C08L 23/02

C08J 3/0211

C09D 3/74

SPECIFICATION

1. Title of the Invention

Polyolefin dispersion and method for preparing the same

2. Claims

(1) An aqueous dispersion of a polyolefin composition comprising 50 to 95 parts by weight of polyolefin and 5 to 50 parts by weight of a polyvalent metal salt of a carboxyl group-containing polyolefin wax having acid number of 30 to 150, wherein the amount of polyvalent metal, which is present as the salt, is 0.01 to 1.0 meq/g-composition, wherein the particle size of polyolefin composition is 0.5 to 100 μm .

(2) A method for preparing the aqueous dispersion according to claim 1, comprising contacting the aqueous dispersion of a polyolefin composition comprising 50 to 95 parts by weight of polyolefin and 5 to 50 parts by weight of an alkali metal salt of a carboxyl group-containing polyolefin wax having acid number of 30 to 150, with a water-soluble polyvalent metal salt, wherein the particle size of polyolefin composition is 0.5 to 100 μm .

(3) A method for preparing the aqueous dispersion according to claim 1, comprising introducing a polyolefin composition comprising 50 to 95 parts by weight of polyolefin and 5 to 50 parts by weight of a carboxyl group-containing polyolefin wax having acid number of 30 to 150, in a molten state, into water wherein a basic alkali metal compound and a water-soluble polyvalent metal salt are dissolved and its temperature is maintained at the melting point or more of polyolefin.

3. Detailed Description of the Invention

The present invention relates to a polyolefin dispersion having excellent properties and a method for preparing the polyolefin dispersion.

A polyolefin aqueous dispersion has been used for the purpose of adhesion, coating, etc. of papers, fabrics, woodblocks, metals and the like. Since polyolefin is essentially nonpolar and does not have an affinity for water, a method in which polyolefin is modified to have polarity and at the same time an emulsifying agent is used, has been generally used in order to obtain a polyolefin aqueous dispersion. It is known that when forming a coating film from this aqueous dispersion, the emulsifying agent is remained in the coating film and physical properties of the coating film are damaged. However, it is generally difficult to obtain a stable dispersion unless the emulsifying agent is used. On the other hand, as a method of imparting polarity to polyolefin, there may be exemplified a method wherein a carboxyl group is contained in polyolefin. In the preparation of the aqueous dispersion, it has been further replaced by an alkali metal salt. When the alkali metal salt of a carboxyl group-containing polyolefin is contained in the coating film, water resistance, which is a major property of polyolefin, was frequently damaged.

An object of the present invention is to provide a novel polyolefin aqueous dispersion suitable for a paint, which does not have to particularly contain the emulsifying agent and the above-mentioned alkali metal salt, and a

method for preparing the same. Another object of the present invention is to provide a stable polyolefin aqueous dispersion exhibiting viscosity suitable as paint and a method for preparing the same.

That is, the present invention provides an aqueous dispersion of a polyolefin composition comprising 50 to 95 parts by weight of polyolefin and 5 to 50 parts by weight of a polyvalent metal salt of a carboxyl group-containing polyolefin wax having acid number of 30 to 150, wherein the amount of polyvalent metal, which is present as the salt, is 0.01 to 1.0 meq/g-composition, wherein the particle size of polyolefin composition is 0.5 to 100 μm . The present invention provides a method for preparing an aqueous dispersion, which comprises contacting the aqueous dispersion of a polyolefin composition comprising 50 to 95 parts by weight of polyolefin and 5 to 50 parts by weight of an alkali metal salt of a carboxyl group-containing polyolefin wax having acid number of 30 to 150, with a water-soluble polyvalent metal salt, wherein the particle size of polyolefin composition is 0.5 to 100 μm . The present invention further provides a method for preparing an aqueous dispersion, which comprises introducing a polyolefin composition comprising 50 to 95 parts by weight of polyolefin and 5 to 50 parts by weight of a carboxyl group-containing polyolefin wax having acid number of 30 to 150, in a molten state, into water wherein a basic alkali metal compound and a water-soluble polyvalent metal salt are dissolved and its temperature is maintained at the melting point or more of polyolefin.

In general, it was not preferable in that the alkali

metal salt is stable in the aqueous dispersion of a carboxylic acid-modified polyolefin and the polyvalent metal salt of calcium, zinc, etc. damages the stability of the dispersion (for example, Japanese Patent Application Publication (JP-B) No. 45-29909, JP-B No. 45-33302, JP-B No. 46-42620 and the like). However, in the aqueous dispersion of the invention, it is unexpected that the particles in the system consisting of only an alkali metal salt tend to float during long-time storage and thus the dispersion tends to easily break, while the dispersion is very stable in the system consisting of a polyvalent metal salt.

The dispersion of the invention is an aqueous dispersion of a composition comprising polyolefin and a polyvalent metal salt of a carboxyl group-containing polyolefin wax.

Here, the term "polyolefin" refers to a homopolymer or copolymer of 1-olefinic unsaturated hydrocarbon such as ethylene, propylene, 1-butene and 4-methyl-1-pentene, for example, polyethylene, polypropylene, poly-1-butene, poly-4-methyl-1-pentene, an ethylene/propylene copolymer, an ethylene/1-butene copolymer, a propylene/1-butene copolymer, an ethylene/vinyl acetate copolymer and an ethylene/acrylate copolymer.

Further, the carboxyl group-containing polyolefin wax is a wax-like polyolefin containing a COOH group and/or an acid anhydride group, and one having a structure wherein 1-olefin and unsaturated carboxylic acid or anhydride thereof are randomly copolymerized or a structure wherein unsaturated carboxylic acid or anhydride thereof is grafted onto polyolefin wax. Examples of the unsaturated carboxylic

acid or anhydride thereof include acrylic acid, methacrylic acid, maleic acid, fumaric acid, citraconic acid, itaconic acid, 5-norbornene-2,3-dicarboxylic acid or anhydrides thereof.

In order to obtain the stability of the aqueous dispersion, it is preferable to use polyolefin having molecular weight larger than that of the carboxyl group-containing polyolefin wax used. For example, it is preferable that the difference between their intrinsic viscosities $[\eta]$ determined in decalin at 135°C is at least 0.2. The carboxyl group-containing polyolefin wax has to have $[\eta]$ of preferably 0.05 to 0.8 and acid number of 30 to 150, preferably 50 to 120. Here, the term "acid number" refers to the number of mg of potassium hydroxide required for neutralization per gram of a sample. When polyolefin wax having a low acid number is used, a stable dispersion is not obtained. Further, when $[\eta]$ is too high, it is difficult to obtain a stable aqueous dispersion.

On the other hand, polyolefin has $[\eta]$ in the range of 0.1 to 5.0, particularly preferably 0.5 to 3.0.

Examples of the polyvalent metal salt of the carboxyl group-containing polyolefin wax include magnesium salt, calcium salt, strontium salt, barium salt, zinc salt, cadmium salt, cupric salt, ferrous salt, ferric salt and aluminum salt. All of carboxyl groups do not have to convert to their salts and a part of the carboxyl groups may be remained in the form of free acids or anhydrides or monovalent metal salts. However, a composition comprising polyolefin and a polyvalent metal salt of a carboxyl group-containing polyolefin wax requires the amount of polyvalent

metal, which is present as the salt, in the range of 0.01 to 1.0 meq/g-composition, particularly preferably 0.05 to 0.5 meq/g-composition for retaining suitable viscosity necessary as a paint and stably maintaining the dispersion over a long time.

The particle size of the aqueous dispersion consisting of the above-mentioned two components is 0.5 to 100 μm , preferably 1 to 10 μm and is slightly larger than that of the conventional dispersion. When the particle size is too small, the particles are likely to aggregate, and on the contrary, the stability thereof is damaged. Further, when the particle size is too large, a stable dispersion is not obtained. The particles are preferably substantially spherical and preferably have a particle size distribution as narrow as possible.

The aqueous dispersion usually contains the particles of a maximum of 30% by weight and has a viscosity in the range of generally 100 to 5000 centipoises, preferably 500 to 2000 centipoises.

The polyolefin aqueous dispersion of the invention can be suitably prepared by the following second method.

Specifically, an aqueous dispersion of a polyolefin composition comprising 50 to 95 parts by weight of polyolefin and 5 to 50 parts by weight of an alkali metal salt of a carboxyl group-containing polyolefin wax having acid number of 30 to 150, wherein the particle size of the polyolefin composition is 0.5 to 100 μm , is previously prepared and thereto may be added a water-soluble polyvalent metal salt such as chloride, sulfate and nitrate, specifically a strong acid salt such as magnesium chloride,

calcium chloride, barium chloride, zinc chloride, zinc sulfate, cupric chloride, cupric sulfate, cupric nitrate, ferrous chloride, ferric chloride and aluminum chloride to react with each other.

The aqueous dispersion is obtained by introducing a mixture of 50 to 95 parts by weight of polyolefin and 5 to 50 parts by weight of a carboxyl group-containing polyolefin wax having acid number of 30 to 150, in a molten state, into water wherein a basic alkali metal compound such as sodium hydroxide and potassium hydroxide is dissolved and its temperature is maintained at the melting point or more of polyolefin. The detailed description of the above-mentioned technology is disclosed in the prior application filed July 22, 1975 by the present applicant. The reaction temperature of the aqueous dispersion and the water-soluble polyvalent metal salt is optionally selected. The reaction is, for example, performed by mixing at 0 to 100°C for about 1 sec to about 1 hour. The water-soluble polyvalent metal salt does not have to be used particularly in an excess amount and the theoretical amount will suffice. The reaction procedure can be shown by the increase in the viscosity of the dispersion. In this method, only the raw material aqueous dispersion, which is present at a relatively low concentration, is stable and the storage time thereof is not very long, whereas the aqueous dispersion of the invention, which is present even at higher concentration, is stable and can be preserved even after a long-time storage for several months.

The second method for preparing the aqueous dispersion of the invention is a method wherein when the raw material

aqueous dispersion of the first method is prepared, the basic alkali metal compound and the water-soluble polyvalent metal salt are coexist. According to the above-mentioned method, once the desired aqueous dispersion can be prepared. Specifically, for example, there is a method in which polyolefin and a carboxyl group-containing polyolefin wax are mixed and melted together, and the resulting mixed melt is introduced into water wherein a basic alkali metal compound such as sodium hydroxide and potassium hydroxide and a water-soluble polyvalent metal salt are dissolved and its temperature is maintained at the melting point or more of polyolefin, preferably 30°C or more higher than the melting point thereof and 300°C or less as described above, while intensely stirring. The basic alkali metal compound is required to be used in the same amount or more as the desired polyvalent metal salt. Further, the amount of the polyvalent metal salt used is almost the same as the theoretical amount or the polyvalent metal salt may be used in a slight excess amount in some cases. The amount of water used is selected depending on the concentration of the desired aqueous dispersion.

The aqueous dispersion of the invention may further contain a pigment, a plasticizer, a thickener, etc., if necessary. Because the aqueous dispersion of the invention is stable over a long time and has a suitable viscosity, the aqueous dispersion is suitable for a paint and can be used to produce a coating film having excellent adhesion and water resistance.

Example 1 and Comparative Example 1

7.7 kg of maleic anhydride graft polyethylene wax having acid number of 50 ($[\eta] = 0.2$) and 30.7 kg of polyethylene having a density of 0.927 (decalin method, $[\eta] = 0.7$, melting point: 120°C) were melt-mixed at 200°C. 60 L of water and 165 g of potassium hydroxide were put into a pressure-resistant homomixer having an inner volume of 120 L and heated to 180°C. The molten mixture was introduced into the homomixer over 4 hours with stirring at 5000 rpm. After further stirring for 30 minutes, the resulting mixture was cooled to room temperature to obtain an aqueous dispersion. The aqueous dispersion obtained had the concentration of 640 g/l and the viscosity of 11 cps (25°C) and consisted of spherical particles having an average particle size of 2.0 μm .

This slurry and metal salts of Table 1 of 1.28% by weight of polymer particles were introduced into a homomixer and stirred at 1000 rpm at room temperature for 10 minutes. The results are shown in Table 1.

[Table 1]

	Polyvalent metal salt	Viscosity cps (25°C)	Slurry stability after 90 days
Ex. 1	CaCl_2	1900	Stable
	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	900	Stable
	$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1050	Stable
	ZnCl_2	3500	Stable
	$\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	760	Stable
	$\text{FeCl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	1250	Stable
	$\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	2400	Stable
	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	2200	Stable
	$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	1000	Stable
	$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	1000	Stable
Comp. Ex. 1	-	11	Phase separation after one day

Example 2

28 kg of polyethylene having a density of 0.918 and $[\eta] = 0.49$ and 14 kg of maleic anhydride graft polyethylene wax having acid number of 50 were melt-mixed at 170°C. 60 L of water, 450 g of KOH and 49.5 g of CaCl_2 were put into a pressure-resistant container equipped with a turbine-type stirrer having an inner volume of 100 L and heated to 180°C. The molten mixture was charged into the container over 4 hours by means of a gear pump with stirring at 500 rpm. After further stirring for 30 minutes, the resulting mixture was slowly cooled to room temperature to obtain an aqueous dispersion. The aqueous dispersion obtained had the concentration of 700 g/l and the viscosity of 900 cps (25°C) and consisted of spherical particles having an average particle size of 1.5 μm .

60 L of the polyethylene dispersion thus obtained, 3 g of water and 0.42 g of colcothar (available from TODA KOGYO CORP., 120M, average particle size of 0.17 μ) were put into a container equipped with a turbine-type stirrer and stirred at 300 rpm (room temperature) for 30 minutes.

This dispersion had the viscosity of 300 cps (25°C) and the viscosity thereof measured with a Ford cup viscometer was 15 sec. This dispersion was blown onto a 100 μm thick aluminum plate at air pressure of 3 kg/cm^3 by means of a commercially available paint spray gun and heat-treated at 165°C in an air oven to form a coating film. A uniform brown coating film was formed, and had a thickness of 15 μm and sufficient folding endurance.

Further, the dispersion might be coated by a bar coater or brush coating instead of a spray gun, like the conventional paint.

Example 3

5.45 kg of polyethylene having a density of 0.910 and $[\eta] = 0.55$ and 0.55 kg of maleic anhydride graft polyethylene wax having acid number of 50 were melt-mixed at 170°C. 60 L of water and 18.8 g of NaOH were put into a pressure-resistant container equipped with a turbine-type stirrer having an inner volume of 100 L and heated to 150°C. The molten mixture was charged into the container over 3 hours by means of a gear pump with stirring at 500 rpm. After further stirring for 30 minutes, the resulting mixture was slowly cooled to room temperature to obtain an aqueous dispersion. The aqueous dispersion obtained had the concentration of 100 g/l and the viscosity of 5 cps (25°C) and consisted of spherical particles having an average particle size of 2 μm .

The polyvalent metal salts of Table 2 were added to 1 L of a polyolefin dispersion to prepare dispersions in the same manner as in Example 1. The results are shown in Table 2.

[Table 2]

Polyvalent metal salt and amount added thereof	Viscosity cps (25°C)	Slurry stability after 90 days
CaCl ₂ 2.05 mmol	640	Stable
CaCl ₂ 3.28 mmol	870	Stable
BaCl ₂ ·2H ₂ O 3.28 mmol	700	Stable
CuSO ₄ ·5H ₂ O 3.28 mmol	680	Stable

Applicant: Mitsui Petrochemical Industry Ltd.

Agent: Kanou YAMAGUCHI

6. List of documents attached

- | | |
|-------------------------|--------|
| (1) Specification | 1 copy |
| (2) Power of Attorney | 1 copy |
| (3) Copy of application | 1 copy |

7. Inventor other than the above-mentioned one

1-2-1, Muronoki-cho, Iwakuni-shi, Yamaguchi, Japan
Toshiyuki MORI



特 許 願 (特許法第38条ただし書)
昭 和 50 年 9 月 2 日

特許庁長官 齋 藤 英 雄 殿

1. 発明の名称
ポリオレフィン^{フッ素エキ}分散液およびその^{セイホフ}製法
2. 特許請求の範囲に記載された発明の数 3
3. 発 明 者
山口県玖珂郡和木町和木387番地
早 田 信 二 (外1名)
4. 特許出願人
東京都千代田区霞が関三丁目2番5号
(588)三井石油化学工業株式会社
代表者 鳥 居 保 浩

5. 代 理 人 〒100

東京都千代田区霞が関三丁目2番5号
三井石油化学工業株式会社内
(7049) 山 和
電話 東京542-2019

明 細 書

1. 発明の名称
ポリオレフィン分散液およびその製法
2. 特許請求の範囲
(1) ポリオレフィン50ないし95重量部および酸価30ないし150のカルボキシル基含有ポリオレフィンワックスの多価金属塩5ないし50重量部からなり、該塩として存在する多価金属量が0.01ないし1.0ミリ当量/g組成物であるポリオレフィン組成物の粒径0.5ないし100μmの水性分散液。
(2) ポリオレフィン50ないし95重量部および酸価30ないし150のカルボキシル基含有ポリオレフィンワックスのアルカリ金属塩5ないし50重量部からなるポリオレフィン組成物の粒径0.5ないし100μmの水性分散液と水溶性多価金属塩を接触させることを特徴とする特許請求の範囲(1)の水性分散液を製造する

①9 日本国特許庁

公開特許公報

①特開昭 52-29844

④3公開日 昭52.(1977) 3.7

②1特願昭 50-105599

②2出願日 昭50.(1975) 7.2

審査請求 未請求 (全6頁)

庁内整理番号

7333 48

7202 48

7333 48

⑤2日本分類

25(1)C11/1.82

25(1)A12/01

25(1)B8-1

⑤1 Int. Cl²

C08L 23/02

C08J 3/02

C09D 3/74

方法。

- (3) ポリオレフィン50ないし95重量部と酸価30ないし150のカルボキシル基含有ポリオレフィンワックス5ないし50重量部からなるポリオレフィン組成物を、溶融状態で塩基性アルカリ金属化合物と水溶性多価金属塩を溶解し、かつポリオレフィンの融点以上に保たれた水中に投入することを特徴とする特許請求の範囲(1)の水性分散液を製造する方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、優れた性質を有するポリオレフィン分散液とその製法に関する。

紙、織物、木板、金属等の接着、塗装などを目的としてポリオレフィン水分散液が使用されつつある。元来ポリオレフィン是非極性であり、水になじまないため、ポリオレフィン水分散液を得るには、一般に、ポリオレフィンを変性して極性を与えるとともに乳化剤を使用する方法がとられている。このような水分散液から塗膜

を形成させた場合、塗膜中に乳化剤が残存し、塗膜の物理的性質が損われることが知られている。しかし乳化剤を使用しないと一般には安定な分散液を得ることが難しい。一方、ポリオレフィンに極性を与える方法としてはポリオレフィン中にカルボキシル基を含有せしめる方法がとられ、水分散液の製造に当つてはさらにアルカリ金属塩に変えて用いられていた。このようなカルボキシル基含有ポリオレフィンのアルカリ金属塩が塗膜中に含まれていると、ポリオレフィンの大きな特性である耐水性が損なわれることが多かつた。

本発明においては、乳化剤および前記のようなアルカリ金属塩をとくに含有させることを必要としない塗料に適した新規なポリオレフィン水性分散液とその製法を提供するものである。本発明はまた塗料として適度な粘性を示す安定なポリオレフィン水性分散液とその製法を提供することを目的とする。

すなわち本発明は、ポリオレフィン 50 ない

一般には、カルボン酸変性ポリオレフィンの水性分散液においては、アルカリ金属塩が安定とされており、カルシウム、亜鉛等の多価金属塩にすることは分散液の安定性を損なうため好ましくなかつた（たとえば特公昭 45-29909 号、特公昭 45-33302 号、特公昭 46-42620 号など）。ところが本発明のような水分散液においては、アルカリ金属塩のみの系では長期保存のうちに粒子が浮上し分散が破壊され易い傾向を示すのに対し、多価金属塩の系では頗る安定であるのは意外である。

本発明の分散液はポリオレフィンとカルボキシル基含有ポリオレフィンワツクスの多価金属塩の組成物の水分散液である。

ここでポリオレフィンとはエチレン、プロピレン、1-ブテン、4-メチル-1-ペンテン等の1-オレフィン系不飽和炭化水素の単独または共重合体である。たとえばポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ-1-ブテン、ポリ-4-メチル-1-ペンテン、エチレン-プロピレン共重合

特開昭52-29844(2)
し 95 重量部および酸価 30 ないし 150 のカルボキシル基含有ポリオレフィンワツクスの多価金属塩 5 ないし 50 重量部からなり、該塩として存在する多価金属量が 0.01 ないし 1.0 ミリ当量/g 組成物であるポリオレフィン組成物の粒径 0.5 ないし 100 μ の水性分散液である。本発明はまたポリオレフィン 50 ないし 95 重量部および酸価 30 ないし 150 のカルボキシル基含有ポリオレフィンワツクスのアルカリ金属塩 5 ないし 50 重量部からなるポリオレフィン組成物の粒径 0.5 ないし 100 μ の水性分散液と水溶性多価金属塩を接触させ、前記水性分散液を製造する方法である。本発明はさらにポリオレフィン 50 ないし 95 重量部と酸価 30 ないし 150 のカルボキシル基含有ポリオレフィンワツクス 5 ないし 50 重量部からなるポリオレフィン組成物を溶液状態で、塩基性アルカリ金属化合物と水溶性多価金属塩を溶解しかつポリオレフィンの融点以上に保たれた水中に投入することにより前記水性分散液を製造する方法である。

体、エチレン・1-ブテン共重合体、プロピレン・1-ブテン共重合体、エチレン・酢酸ビニル共重合体、エチレン・アクリル酸エステル共重合体などである。

またカルボキシル基含有ポリオレフィンワツクスは、COOH 基および/または酸無水物基を含有するワツクス状ポリオレフィンであつて、1-オレフィンと不飽和カルボン酸またはその無水物がランダムに共重合した構造のものあるいはポリオレフィンワツクスに不飽和カルボン酸またはその無水物がグラフトした構造のものである。不飽和カルボン酸またはその無水物としてはアクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、フマル酸、シトラコン酸、イタコン酸、5-ノルボルネン-2,3-ジカルボン酸、あるいはこれらの無水物などである。

水分散液の安定性のため、ポリオレフィンは使用するカルボキシル基含有ポリオレフィンワツクスより分子量の大きなものを用いるのが好ましく、たとえば 135 $^{\circ}$ C デカリン中で測定した固

有粘度(η)が少なくとも0.2以上離れていることが好ましい。カルボキシル基含有ポリオレフィンワックスとしては(η)が0.05ないし0.8のものが好ましく、その酸価は30ないし150、

- ⑩ 好ましくは50ないし120でなければならない。ここに酸価とは試料1g当りの中和に要した水酸化カリウムのmg数である。酸価の低いものを用いると安定な分散液とはならない。また(η)のあまり高いものを用いると安定な水分散液になり難い。

一方ポリオレフィンの(η)としては0.1ないし5.0とくに0.5ないし3.0の範囲にあることが好ましい。

- ⑪ カルボキシル基含有ポリオレフィンワックスの多価金属塩は、たとえばマグネシウム塩、カルシウム塩、ストロンチウム塩、バリウム塩、亜鉛塩、カドミウム塩、第二銅塩、第一鉄塩、第二鉄塩、アルミニウム塩などを挙げることができる。これらはカルボキシル基がすべてこれらの塩に変換されている必要はなく、一部が遊

し2000センチボアズの範囲にある。

本発明のポリオレフィン水性分散液を好適には次の二方法によつて製造することができる。

- ⑫ すなわち、予めポリオレフィン50ないし95重量部および酸価30ないし150のカルボキシル基含有ポリオレフィンワックスのアルカリ金属塩5ないし50重量部からなるポリオレフィン組成物の粒径0.5ないし100 μ の水性分散液を製造しておき、それに水溶性多価金属塩たとえば塩化物、硫酸塩、硝酸塩など、具体的には塩化マグネシウム、塩化カルシウム、塩化バリウム、塩化亜鉛、硫酸亜鉛、塩化第二銅、硫酸第二銅、硝酸第二銅、塩化第一鉄、塩化第二鉄、塩化アルミニウムなどの強酸塩を加え両者を反応させればよい。

- ⑬ 前記水性分散液は、ポリオレフィン50ないし95重量部および酸価30ないし150のカルボキシル基含有ポリオレフィンワックス5ないし50重量部の混合物を熔融状態で、塩基性アルカリ金属化合物たとえば水酸化ナトリウム、水

酸の酸または無水物あるいは一価の金属塩の形で残存しててもよい。しかしながらポリオレフィンとカルボキシル基含有ポリオレフィンワックス多価金属塩からなる組成物中、該塩として存在する多価金属量が0.01ないし1.0ミリ当量/g組成物とくに好ましくは0.05ないし0.5ミリ当量/g組成物に範囲となることが、塗料として必要な適当な粘度を維持しかつ分散液を長期に亘つて安定に保つために必要である。

水分散液中の前記二成分で構成される粒子径は0.5ないし100 μ 、好ましくは1ないし10 μ であり、従来の分散液のものに比較してやや大きい。粒径が小さすぎると粒子同志が凝集し易くなり、かえつて安定性が損なわれ、また粒径が大きすぎても安定な分散液とはならない。粒子形状は実質的に球状であることが好ましく、また粒度分布はできるだけ狭い方がよい。

かかる水性分散液は、通常前記粒子を最高90重量%まで含有し、その粘度は一般には100ないし5000センチボアズ、好ましくは500ない

し2000センチボアズの範囲にある。酸化カリウムなどを溶解しかつポリオレフィンの酸点以上に保たれた水中に投入することによつて得られる。かかる技術の詳細については同一出願人の先願である昭和50年7月22日付出願で明らかにしている。この水性分散液と水溶性多価金属塩の反応温度は任意であり、たとえば0ないし100°Cで、1秒ないし1時間程度混合することによつて行われる。水溶性多価金属塩をとくに過剰に用いる必要はなく、理論量で充分である。反応の進行状況は分散液粘度の増加によつて知ることができる。この方法における原料水性分散液が比較的低濃度のものしか安定性を示さず、かつその保存期間もあまり長くとれないのに対し、本発明の水性分散液は高濃度のものでも安定であり、数ヶ月という長期保存にも耐えることができる。

本発明の水性分散液を製造する第二の方法は、第一の方法の原料水性分散液を製造する際、塩基性アルカリ金属化合物と共に水溶性多価金属塩を共存させておく方法であり、かかる方法に

着性、耐水性の優れた塗膜を作ることが可能である。

実施例1、比較例1

原料50の無水マレイン酸グラフトポリエチレンワックス($[\eta]=7.2$) 7.7Kgと密度0.927のポリエチレン(デカリン法、 $[\eta]=0.7$ 、融点 120°C) 30.7Kgを 200°C で溶融混合した内容積120ℓの耐圧ホモキサーに水60ℓ、水酸化カリウム165gを入れ、 150°C に加熱して、500Grpmで攪拌しながら前記溶融混合物を4時間かかて送入した。さらに30分攪拌後室温まで冷却して得られた水分散液の粘度は $440\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 、粘度 11 cP (25°C)であり、その粒子は球状で平均粒径は 2.0μ であった。

このスラリーとポリマー粒子の1.28重量%の第1表の金属塩を加えホモキサーで100Grpm、室温で10分間攪拌した。結果を第1表に示す。

よれば一段で所望の水性分散液を製造することが可能である。すなわちたとえばポリオレフィンとカルボキシル基含有ポリオレフィンワックスを混融しておき、水酸化ナトリウム、水酸化

- ⑤ カリウムなどの塩基性アルカリ金属化合物と前述の如き水溶性多価金属塩を溶解した水をポリオレフィンの融点以上、好ましくはその融点より 30°C 以上高い温度であつて、かつ 300°C 以下の温度に保ち、激しく攪拌しながら前記混合物を投入する方法である。塩基性アルカリ金属化合物の使用量は、所望の多価金属塩と等量以上使用することが必要である。また多価金属塩の使用量は、化学理論量に等しいか、場合によつては若干過剰となるようにするのがよい。水の使用量は目的とする水分散液の濃度によつて定められる。

本発明の水性分散液にはさらに必要に応じて顔料、可塑剤、増粘剤などを加えてもよい。本発明の水性分散液は、長期に亘つて安定で適当なる粘度を有するから塗料用に好適であり、密

第 1 表

	多価金属塩	粘度 cps (25°C)	90日後のスラリー安定性
実施例1	CaCl_2	1900	安定
	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	900	"
	$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1050	"
	ZnCl_2	3500	"
	$\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	760	"
	$\text{FeCl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	1250	"
	$\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	2400	"
	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	2200	"
	$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	1000	"
	$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	1000	"
比較例1	—	11	1日後相分離

実施例 2

密度 0.918、 $[\eta] = 0.49$ のポリエチレン 28 Kg と酸価 50 の無水マレイン酸グラフトポリエチレンワックス 14 Kg を 170°C で溶融混合した。
タービン型攪拌機を備えた内容積 100ℓ の耐圧容器に水 60ℓ、KOH 450g および CaCl_2 47.5 g を入れ、180°C に加熱し、500rpm で攪拌しながら、前記溶融混合物をギヤポンプで 4 時間で装入した。更に 30 分攪拌後、室温まで徐冷して得られた水分散液の濃度は 700g/ℓ 粘度 900cps (at 25°C) であり、その粒子は球状で平均粒径は 1.5μm であった。

ここで得られたポリオレフィン分散液 60ℓ に水 3g 及びベンガラ (戸田工業製 120M、平均粒径 0.17μm) 0.42g をタービン型攪拌機付の容器に入れ 300rpm (常温) で 30 分間攪拌する。この分散液は粘度 300cps (25°C)、フールドカップで 15 秒であった。この分散液を市販の塗料用スプレーガンでアルミニウム板 (100μ 厚) に空気圧 3Kg/cm² で吹き付け、Air Oven 中

2 表の多価金属塩を加え、実施例 1 と同様にして分散液を製造した。結果を第 2 表に示す。

特開昭 52-29844(5)
165°C にて熱処理し、塗膜を形成した。均一な褐色の塗膜を形成し塗膜厚さは 15μm、耐折強度も十分であった。

なお、スプレーガンの代わりに、バーコーターやハケ塗りにも通常の塗料と同様に塗装ができた。

実施例 3

密度 0.910、 $[\eta] = 0.55$ のポリエチレン 5.45 Kg と酸価 50 の無水マレイン酸グラフトポリエチレンワックス 0.55 Kg を 170°C にて溶融混合した。タービン型攪拌機を備えた内容積 100ℓ の耐圧容器に水 60ℓ、NaOH 16.8g を入れ、150°C に加熱し、500rpm で攪拌しながら前記溶融混合物をギヤポンプで 3 時間で装入した。更に 30 分間攪拌後、室温まで徐冷して得られた水分散液の濃度は 100g/ℓ、粘度 50cps (25°C) であり、その粒子は球状で平均粒径は 2μm であった。

このポリオレフィン分散液 1ℓ に対して、第

第 2 表

多価金属塩およびその添加量	粘度 cps (25°C)	90 日後のストラリ安定性
CaCl_2 2.05 ミリモル	640	安定
" 3.28 "	870	"
$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 3.28 "	700	"
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 3.28 "	680	"

出願人 三井石油化学工業株式会社
代理人 山口 和

6. 添付書類目録

- | | |
|----------|----|
| (1) 明細書 | 1通 |
| (2) 委任状 | 1通 |
| (3) 願書副本 | 1通 |

7. 前記以外の発明者

山口県岩国市室^{イワクニ}の木^{ムロ}町一丁目2番1号
森^{モリ} 祐^{トシ} 之^{ユキ}

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☒ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.